**ХІМІЯ АНАЛІТИЧНА**

**ЛЕКЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ**

**Завдання**

**Завдання №1.** Законспектувати в лекційному зошиті теоретичний матеріал з даної теми, використовуючи для цього літературні джерела зазначені нижче:

Тема 1 «Методи окисно-відновного титрування »

План

1. Загальна характеристика окисно-відновних методів, їх класифікація.
2. Криві титрування. Стрибок титрування. Константа рівноваги редокс-реакції. Розрахунки редокс-потенціалу в точці еквівалентності. Визначення точки еквівалентності. Редокс-індикатори.
3. Перманганатометрія. Перманганат як окисник. Титрування перманганатом у кислому середовищі. Приготування робочого розчину перманганату. Приклади визначень методом перманганатометрії.
4. Йодометрія. Суть методу, умови застосування. Робочі і допоміжні розчини в йодометрії, їх приготування і стандартизація. Індикатори методу. Приклади визначення окисників і відновників методом йодометрії.

**Література**

1. Аналітична хімія. Теоретичні основи якісного та кількісного аналізу: навчально-методичний посібник / М.В. Шевряков, М.В. Повстяний, Б.В. Яковенко, Т.А. Попович. – Херсон: Айлант, 2013. – C. 146-248.

Електронна адреса: http://ekhsuir.kspu.edu/xmlui/bitstream/handle/123456789/320/%D0%A2%D0%B5%D0%BE%D1%80%D0%B5%D1%82%D0%B8%D1%87%D0%BD%D1%96\_%D0%BE%D1%81%D0%BD%D0%BE%D0%B2%D0%B8\_%D0%B0%D0%BD%D0%B0%D0%BB%D1%96%D1%82%D0%B8%D1%87%D0%BD%D0%BE%D1%97\_%D1%85%D1%96%D0%BC%D1%96%D1%97.pdf?sequence=1&isAllowed=y

1. Збірник завдань з органічної, біологічної, аналітичної та фармацевтичної хімії для самостійної роботи студентів: практикум для студентів закладів вищої освіти спеціальності 226 Фармація, промислова фармація денної та заочної форм навчання. / О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, Т.А. Попович – Херсон: вид-во ФОП Вишемирський В.С., 2019. – 132 с.
2. Шевряков М.В. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: навчальний посібник / М.В. Шевряков, М.В. Повстяний, Г.О. Рябініна. – Херсон: Олді-плюс, 2012. – С. 48-111.
3. Аналітична хімія. Якісний аналіз: навчально-методичний посібник / Т.Д. Рева, О.М. Чхало, Г.М. Зайцева та ін. – К.: Медицина, 2017. – С. 88-98.
4. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму “Фармація” і “Біотехнологія” вищих навчальних закладів / Н.К. Федущак, Ю.І. Бідниченко, С.Ю. Крамаренко, В.О. Калібабчук та ін. – Вінниця: Нова Книга, 2012. – С. 272-398.
5. Медична хімія: підручник / В.О. Калібабчук, І.С. Чекман, В.І. Галинська та ін.; ред. В.О. Калібабчук. – К.: Медицина, 2018. – С. 120-129.Завдання

**Завдання №2.** Письмово відповісти на питання і відповіді записати в зошиті для самостійної роботи.

* 1. Який робочий розчин і який індикатор застосовують при титруванні методом перманганатометрії?
  2. Для яких визначень користуються методом перманганатометрії?
  3. Як аналізують відновники і як окисники методом перманганатометрії?
  4. Як визначається молярна маса еквівалента окисника чи відновника?
  5. Чому дорівнює молярна маса еквівалента: Сl2, КСlO3, К2SО3, НNO3, Н2О2, КМnO4 в кислому і лужному середовищах?
  6. Молярна концентрація еквівалента розчину КМnО4 при застосуванні його для титрування в кислому середовищі становить 0,05 моль/дм3. Яка буде молярна концентрація еквівалента цього розчину при титруванні ним у лужному середовищі?
  7. Яка установочна речовина застосовується у більшості випадків для стандартизації розчину калію перманганату?
  8. Визначити молярну масу еквівалента окисника і відновника в реакції:

5Н2С2О4 + 2MnО4– + 6H+ = 2Мn2+ + 10СО2 + 8Н2О.

* 1. Як залежить величина стрибка титрування в редокс-методах від концентрації вихідних розчинів, рН розчину, різниці стандартних потенціалів окисника і відновника?
  2. Чому для встановлення титру розчину калію перманганату краще взяти натрію оксалат, ніж щавлеву кислоту?
  3. Які умови (температура, рН розчину, швидкість додавання титранту) необхідно дотримувати при прямому перманганатометричному визначенні відновників?

**ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ**

**Лабораторна робота № 1**

Тема «Комплексонометричне титрування: трилонометрія»

**Завдання:**

1. Оформити в лабораторному зошиті дану лабораторну роботу.
2. В інтернет джерелах підібрати відео матеріал дослідів за темою лабораторноїх роботи і відібраний матеріал надіслати у вигляді звіту на електронну адресу: chemisthdu@gmail.com
3. Після лабораторної роботи письмово відповісти на питання:
   1. Які сполуки називаються комплексними? Що таке хелати? наведіть приклади.
   2. Використання комплексонів у титриметричному аналізі. Їхня коротка характеристика.
   3. Суть методу комплексонометричного титрування.
   4. основні титр анти методу комплексонометрії та способи їх приготування і стандартизації.
   5. Індикатори методу комплексонометрії.
   6. У чму полягає механізм дії металохромних індикаторів?
   7. Особливості проведення зворотного комплексонометричного титрування.
   8. З якою метою використовують буферні суміші при проведенні комплексонометричного титрування?
   9. Переваги та недоліки комплексонометрії у порівнянні з іншими методами титриметричного аналізу.
   10. Які з перелічених речовин можна використовувати як титр анти комплексонометрії: Na2C2O4, Na2CO3, NaCl, MnSO4, Zn, Na2SO4, C6H5COOH, MgSO4, Na2EДТА?

*Хід роботи*

***Визначення жорсткості води  
методом комплексонометричного титрування***

Жорсткість води обумовлена наявними в ній так званих катіонів жорсткості, які з вищими жирними кислотами дають нерозчинні солі. Мила – це суміш натрієвих або калієвих солей вищих жирних кислот:

RCOONa; RCOOK.

При взаємодії з катіонами жорсткості ці розчинні солі перетворюються в нерозчинні. Наприклад:

2RCOO¯ +Са2+= RCOOСаOOCR.

Нерозчинні солі вищих жирних кислот не мають поверхнево-активних властивостей і тому не придатні як миючі засоби.

Катіони жорсткості не тільки унеможливлюють застосування мила, а також утворюють нерозчинні карбонати, фосфати і інші нерозчинні сполуки, які відкладаються на стінках водопровідних труб, установок, що працюють на воді. Це призводить до закупорки водопровідних труб, зменшення теплопередачі приладів і установок, у яких нагрівається вода.

Розрізняють загальну, постійну і тимчасову жорсткість води. Загальна жорсткість води обумовлена розчинними солями металів жорсткості незалежно від характеру аніона цих солей. Наприклад: CaCl2, MgSO4, Ca(NO3)2, Ca(HCO3)2, Mg(HCO3)2, ZnCl2, Al2(SO4)3.

Постійна жорсткість води обумовлена наявністю у воді розчинних солей металів жорсткості з усіма аніонами, крім гідрокарбонат-аніона.

Тимчасова жорсткість води обумовлена розчинними гідрокарбонатами металів жорсткості – Ме(НСО3)n. В основному це гідрокарбонати Кальцію і Магнію. Тимчасовою ця жорсткість називається тому, що вона може бути усунена переведенням розчинних гідрокарбонатів у нерозчинні карбонати при нагріванні і вода при цьому пом’якшується:

Ca(HCO3)2→CaCO3↓+H2O+CO2.

**І. Приготування та стандартизація розчину комплексону ІІІ**

Кристалічний трилон Б містить 2 молекули кристалізаційної води –  
Na-ЕДТА·2Н2О.

Na-ЕДТА не відповідає вимогам до первинних стандартів і приготувати робочий титрований розчин його за наважкою неможливо.

Спочатку готують розчин Na-ЕДТА з приблизною концентрацією

0,05 моль/дм3. Фактор еквівалентності Na-ЕДТА=1/2. Отже, М(Na-ЕДТА) = М(Na-ЕДТА)/2 = 186,12 г/моль.

Розраховують масу наважки Na-ЕДТА для приготування розчину заданого об’єму і заданої концентрації. Нехай, наприклад, треба приготувати 1дм3 розчину Na-ЕДТА. Тоді:

Приготувати розчин Na-ЕДТА можна також з фіксаналу.

Зберігати розчин Na-ЕДТА краще в пластикових посудинах. У них не відбувається зміна титру розчину Na-ЕДТА. Посудини із м’якого скла для цієї мети непридатні, оскільки через незначний проміжок часу з поверхні скла переходить у розчин значна кількість йонів лужноземельних і інших заважаючих металів, що призводить до зміни концентрації титрованого розчину Na-ЕДТА.

Для стандартизації робочого розчину Na-ЕДТА використовують установочний титрований розчин MgSO4 з молярною концентрацією еквівалента 0,0500 моль/дм3, який готують з фіксаналу.

Для цього вміст ампули з MgSO4·7Н2О концентрації с(MgSO4))=0,1 моль/дм3кількісно переносять у мірну колбу на 1дм3, розчиняють дистильованою водою, доводять об’єм колби до риски водою, ретельно перемішують, і отримують розчин MgSO4 з молярною концентрацію еквівалента 0,1 моль/дм3. Розбавивши даний розчин в 2 рази, ми отримаємо розчин MgSO4 з молярною концентрацією еквівалента 0,05 моль/дм3.

Якщо установочний титрований розчин готують за наважкою кристалічного MgSO4∙7Н2О, то розраховують масу наважки наступним способом:

;

;

.

.

На аналітичних терезах зважують кристалічний магнію сульфат так, щоб практично взята маса дуже мало відрізнялася від розрахованої.

Практично взяту наважку кількісно переносять у мірну колбу на 100см3, розчиняють у дистильованій воді, доводять водою до риски колби, ретельно перемішують. Уточнюють концентрацію отриманого розчину за формулою:





Відбирають піпеткою 10см3 отриманого стандартного розчину MgSO4, переносять у колбу для титрування, додають до цього розчину за допомогою мірної пробірки близько 5см3 амоніачного буферного розчину (рН~9,0). До розчину у колбі вносять індикатор еріохром чорний Т у кристалічному вигляді на кінчику шпателя приблизно 20-30мг. При цьому вміст колби набуде рожево-фіолетового забарвлення. Індикатора слід додати стільки, щоб інтенсивність забарвлення розчину у колбі для титрування була не дуже великою. У разі надлишку індикатора буде нечіткий перехід забарвлення розчину.

Індикатор готують змішуючи кристалічний еріохром чорний Т з індиферентним наповнювачем–кристалічним NaCl чи КCI у співвідношенні 1: 200. Цю суміш ретельно розтирають у ступці.

Бюретку заповнюють робочим розчином Na-ЕДТА, концентрацію якого треба встановити. Титрують до різкої зміни забарвлення вмісту колби для титрування з рожево-фіолетового до синього від одної краплі доданого розчину Na-ЕДТА.

**Результати титрування**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм установочного титрованого розчину MgSO4, взятий на титрування, см3 | Об’єм робочого розчину Na-ЕДТА, що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 10  V2 – 10  V3 – 10 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер.– 10 | Vсер. – |

**Розрахунки концентрації розчину Na-ЕДТА**

c(1/2Na-ЕДТА)∙V(Na-ЕДТА (p))=с(1/2MgSO4)∙V(MgSO (p));

.

***2. Визначення загальної жорсткості води***

У мірну колбу на 100см3 вносять до риски досліджуваної води, потім цю воду переносять у велику конічну колбу (на 250см3) для титрування, додають 10см3 амоніачного буферного розчину і кристалічний індикатор еріхром чорний Т у такій кількості, щоб червоно-фіолетове забарвлення вмісту колби не було дуже інтенсивним. Суміш нагрівають до температури близько 40ºС. При цій температурі перехід забарвлення розчину буде більш чітким.

Титрують робочим титрованим розчином комплексонуІІІ до переходу забарвлення вмісту колби в синє.

**Результати титрування**

|  |  |
| --- | --- |
| Об’єм досліджуваної води, взятий на титрування, см3 | Об’єм розчину Na-ЕДТА, що пішов на титрування, см3 |
| V1 – 100  V2 – 100  V3 – 100 | V1 –  V2 –  V3 – |
| Vсер.– 100 | Vсер. – |

**Розрахунки за результатами титрування**

Загальна жорсткість води виражається в ммоль-екв/дм3 йонів Са2+ і Mg2+.

Для дослідження взяти воду з різних джерел для порівняння.

За ступенем жорсткості вода поділяється на:

– дуже м’яка вода – до 2ммоль-екв/дм3;

– м’яка вода – до 4ммоль-екв/дм3;

– вода середньої жорсткості – 4-8ммоль-екв/дм3;

– жорстка вода – 8-12ммоль-екв/дм3;

– дуже жорстка вода – більше 12ммоль-екв/дм3.

**ПИТАННЯ ДО ЗАЛІКУ**

**З ХІМІЇ АНАЛІТИЧНОЇ**

1. Предмет і задачі аналітичної хімії. Місце аналітичної хімії в системі природничих наук.
2. Якісний аналіз, його предмет і задачі. Наукове і практичне значення якісного аналізу. Класифікація методів якісного аналізу.
3. Системи якісного аналізу. Аналітичні групи катіонів за сульфідною і кислотно-основною системами. Групові реагенти.
4. Класифікація аніонів. Аналітичні групи аніонів. Групові реагенти.
5. Фактори, що впливають на значення редокс-потенціалів: йонна сила, рН середовища, концентрації окисненої та відновленої форм. Використання реакцій окиснення-відновлення в аналізі.
6. Залежність константи гідролізу солей від константи дисоціації кислоти або основи, температури та розведення розчину. Використання процесів гідролізу для визначення і розділення йонів.
7. Окисно-відновні процеси, їх сутність. Окисники та відновники. Складання рівнянь окисно-відновних реакцій.
8. Застосування закону діючих мас до процесів гідролізу. Механізм гідролізу. Ступінь та константа гідролізу.
9. Закон діючих мас як теоретична основа якісного аналізу. Хімічна рівновага. Константа рівноваги.
10. Ступінчаста дисоціація комплексних сполук. Константа нестійкості і константа стійкості комплексної сполуки.
11. Застосування закону діючих мас до розчинів сильних електролітів. Активність. Коефіцієнт активності. Правило йонної сили. Розрахунки йонної сили розчину, активності йонів.
12. Застосування закону діючих мас до процесів дисоціації слабких електролітів. Взаємозв’язок між константою та ступенем дисоціації слабких електролітів. Залежність ступеню дисоціації від концентрації електроліту та температури. Розрахунки ступеню дисоціації та констант дисоціації кислот і основ. Умови заміщення йонних рівноваг. Вплив однойменних йонів.
13. Застосування закону діючих мас до процесу дисоціації води. Йонний добуток води. рН розчинів. Кислотно-основні рівноваги. Протолітична теорія Бренстедта-Лоурі. Порівняльна характеристика кислот і основ.
14. Розчинення малорозчинних речовин. Вплив на розчинність однойменного йона, йонної сили, рН розчину, комплексоутворення, окиснювально-відновних процесів. Переведення одних малорозчинних сполук в інші.
15. Буферні розчини, їх роль в аналізі. Розрахунки концентрації гідроген-іонів, гідроксид-іонів і рН буферних розчинів.
16. Комплексоутворення в хімічному аналізі. Комплексні сполуки, їх характеристика та номенклатура. Природа зв’язку в комплексних сполуках.
17. Систематичний і дробний методи аналізу.
18. Схема аналізу катіонів І аналітичної групи.
19. Схема аналізу катіонів І і ІІ аналітичних груп.
20. Схема аналізу катіонів І-ІІІ аналітичних груп.
21. Схема аналізу катіонів ІV аналітичної групи.
22. Схема аналізу катіонів V аналітичної групи.
23. Схема аналізу катіонів ІV-VI аналітичної групи.
24. Схема аналізу аніонів І-ІІІ аналітичних груп.
25. Гетерогенні рівноваги. Рівновага між розчином та твердою фазою (осадом). Добуток розчинності. Правило добутку розчинності та обмеження в його застосуванні.
26. Добуток активності йонів. Розрахунки добутку розчинності по розчинності речовин і навпаки. Застосування правила ДР в аналізі. Вплив однойменних йонів на розчинність.
27. Розрахунки концентрацій йонів Н+ та ОН- і рН розчинів кислот та основ.
28. Теорія сильних електролітів. Йонна сила. Активність.
29. Виведення формул для розрахунку ступеня та константи гідролізу, концентрації гідроген-іонів та рН розчинів солей, що гідролізуються.
30. Розрахунки концентрацій продуктів дисоціації комплексних сполук. Руйнування комплексних йонів.
31. Використання процесів комплексоутворення для відкриття, відокремлення і маскування йонів. Органічні реагенти в аналізі.
32. Способи вираження концентрації розчинів.
33. Гравіметричний аналіз. Суть методу, основні прийоми аналізу.
34. Основні поняття титриметричного аналізу. Класифікація методів титриметричного аналізу. Точка еквівалентності і кінцева точка титрування.
35. Кислотно-основне титрування. Титранти методу, їх приготування та стандартизація.
36. Індикатори кислотно-основного титрування. Теорії дії індикаторів.
37. Аналіз кривих титрування методу кислотно-основного титрування.
38. Осаджувальне титрування. Сутність методів Мора, Фаянса-Ходакова, Фольгарда. Індикатори методів осаджувального титрування.
39. Комплексонометричне титрування. Трилонометрія, сутність методу.
40. Перманганатометрія. Сутність метода. Приготування та стандартизація робочого розчину. Область застосування метода.
41. Йодометрія. Сутність метода. Приготування та стандартизація робочого розчину. Область застосування метода.
42. Фотоколориметрія, спектрофотометрія. Теоретичні основи методів. Застосування в аналізі.
43. Люмінесцентний аналіз. Сутність методу.
44. Нефелометричні методи аналізу, їх сутність.
45. Потенціометричні методи аналізу, їх сутність.
46. Кондуктометричний аналіз, сутність методу.
47. Хроматографічні методи аналізу, їх класифікація. Сутність адсорбційної, розподільної, газової, іонообмінної хроматографії.